

Bibliographic Information

Tertiary amines. Jenny, Ernst. (C I B A Ltd.). (1960), CH 349993 19601231 Patent language unavailable. CAN 55:87136 AN 1961:87136 CAPLUS (Copyright 2004 ACS on SciFinder (R))

Patent Family Information

| <u>Patent No.</u> <u>No.</u> | <u>Kind</u> <u>Date</u> | <u>Date</u> | <u>Application</u> |
|---------------------------------|----------------------------|-------------|--------------------|
| CH 349993 | | 19601231 | CH |

Abstract

Dialkylformamides react with COCl₂ in dry solvents, e.g. PhCl, CHCl₃, CCl₄, to give dialkylaminodichloromethanes and CO₂. Thus, HCONMe₂ 38 in dry CCl₄ 600 at 15-20° was treated with COCl₂ 50 to give Me₂NCHCl₂ 64 parts, needles, m. 70° (decompn.).



Klassierung:

12q, 1/01

SCHWEIZERISCHE EIDGENOSSENSCHAFT

Gesuch eingereicht:

27. August 1956, 18 Uhr

EIDGENÖSSISCHES AMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Patent eingetragen:

15. November 1960

Patentschrift veröffentlicht: 31. Dezember 1960

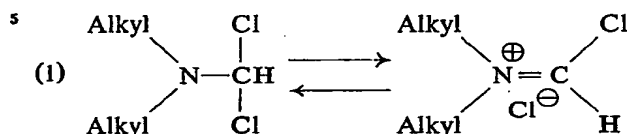
HAUPTPATENT

CIBA Aktiengesellschaft, Basel

Verfahren zur Herstellung von neuen tertiären Aminen

Dr. Ernst Jenny, Basel, ist als Erfinder genannt worden

Die vorliegende Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Herstellung von neuen tertiären Aminen, nämlich auf die Herstellung von Dichlor-(dialkylamino)-methanen der Formel

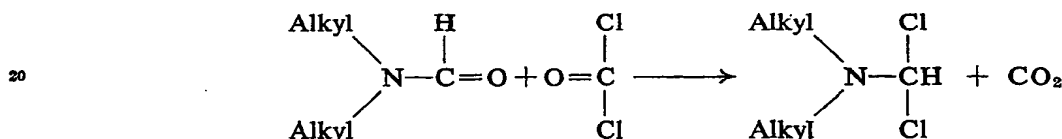


Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß man ein Dialkylformamid mit Phosgen behandelt. Hierbei verwendet man mit Vorteil ein Dialkylformamid mit niedrigmolekularen Alkylgruppen wie Diäthylformamid oder insbesondere Dimethylformamid.

Die Behandlung des Dialkylformamids mit dem Phosgen erfolgt zweckmäßig in einem wasserfreien,

inerten, organischen Lösungsmittel. Gute Ergebnisse werden beispielsweise mit halogenierten Kohlenwasserstoffen, wie Chlorbenzol, Dichlorbenzolen, Tetrachloräthan, Chloroform oder insbesondere mit Tetrachlorkohlenstoff, als Lösungsmittel erzielt. Durch Einleiten von Phosgen in eine derartige Lösung des Dialkylformamids gestaltet sich die Umsetzung sehr einfach. Man arbeitet mit Vorteil etwa bei Raumtemperatur oder etwas darunter, z. B. bei Temperaturen zwischen 10 und 20°.

Es kann angenommen werden, daß zuerst eine Anlagerung von Phosgen an das Dialkylformamid stattfindet und aus in dieser Weise erhaltenen Anlagerungsprodukten Kohlendioxyd abgespalten wird. Ohne Berücksichtigung der Anlagerung läßt sich die Reaktion des vorliegenden Verfahrens wie folgt formulieren:



Dementsprechend wird bei der Umsetzung von 1 Molekül Dialkylformamid mit 1 Molekül Phosgen 1 Molekül Kohlendioxyd freigesetzt, was durch experimentelle Befunde bestätigt werden konnte.

Wenn die Umsetzung in einem Lösungsmittel vorgenommen wird, besteht das Reaktionsgemisch praktisch nur noch aus dem Lösungsmittel und dem im allgemeinen darin suspendierten Dichlor-(dialkylamino)-methan. Zur Gewinnung eines für die meisten Zwecke genügend reinen Dichlor-(dialkylamino)-methans braucht man in diesem Falle lediglich nach beendeter Umsetzung das Lösungsmittel aus dem Gemisch abzudestillieren.

Die nach dem vorliegenden Verfahren erhältlichen Dichlor-(dialkylamino)-methane sind wertvolle Hilfs- und Zwischenprodukte für die Herstellung von Farbstoffen oder andern Produkten. Sie sind sehr reaktionsfähig. Mit Wasser zerfallen sie rasch in Salzsäure und vermutlich Dialkylformamid. Arylverbindungen mit leicht abspaltbarem Wasserstoffatom können die Dichlor-(dialkylamino)-methane unter Abspaltung von Chlorwasserstoff anlagern.

Im nachfolgenden Beispiel bedeuten die Teile, sofern nichts anderes bemerkt wird, Gewichtsteile, die Prozente Gewichtsprozente, und die Temperaturen sind in Celsiusgraden angegeben.